

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-293454

(43)Date of publication of application : 26.10.1999

(51)Int.Cl.

C23C 14/34
C22C 1/04
C22C 21/00
C22F 1/04
H01L 21/285
H01L 21/285
// C22F 1/00
C22F 1/00
C22F 1/00
C22F 1/00
C22F 1/00

(21)Application number : 10-120084

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 14.04.1998

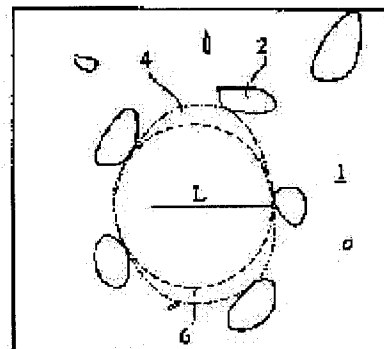
(72)Inventor : TAKASHIMA HIROSHI

(54) TARGET MATERIAL FOR ALUMINUM SERIES SPUTTERING AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide target materials for Al series sputtering with a microstructure in which intermetallic compds. are fine, furthermore, not only macrosegregation is not substantial, but also the number of fine pores causing splashes at the time of sputtering is remarkably reduced.

SOLUTION: A primary target material for Al series sputtering is the one contg. at least one kind of intermetallic compd. forming element, and in which the maximum size 4 of intermetallic compds. 2 is substantially regulated to $\leq 50 \mu\text{m}$. Moreover, a secondary target material for Al series sputtering is the one having a microstructure composed of alloy phases 2 consisting of intermetallic compd. forming elements and Al and Al matrix phases 1, and in which the maximum size 4 of intermetallic compds. in the alloy phases is substantially regulated to $\leq 50 \mu\text{m}$. These target materials are produced by subjecting rapidly solidified powder to press-sintering at 400 to 600° C.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 15.11.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 30.06.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-293454

(43) 公開日 平成11年(1999)10月26日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 2 3 C	14/34	C 2 3 C	14/34 A
C 2 2 C	1/04	C 2 2 C	1/04 C
	21/00		21/00 N
C 2 2 F	1/04	C 2 2 F	1/04 A
H 0 1 L	21/285	H 0 1 L	21/285 S
審査請求 未請求 請求項の数18 F D (全 15 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平10-120084

(22) 出願日 平成10年(1998) 4月14日

(71) 出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72) 発明者 高島 洋

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属

株式会社冶金研究所内

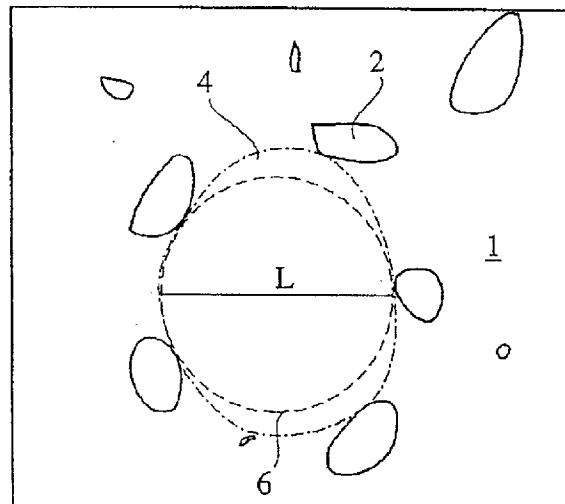
(74) 代理人 弁理士 高石 橘馬

(54) 【発明の名称】 A1系スパッタリング用ターゲット材及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 金属間化合物が微細でかつマクロな偏析が実質的にないのみならず、スパッタリングの際にスブラッシュの原因になる微細な空孔の数が著しく減少したマイクロ組織を有するA1系スパッタリング用ターゲット材を提供する。

【解決手段】 第一のA1系スパッタリング用ターゲット材は、少なくとも1種の金属間化合物形成元素を含有し、金属間化合物の最大径が実質的に50 μ m以下である。また第二のA1系スパッタリング用ターゲット材は、金属間化合物形成元素及びAlからなる合金相と、Alマトリックス相とからなるマイクロ組織を有し、合金相中の金属間化合物の最大径は実質的に50 μ m以下である。これらのターゲット材は急冷凝固法粉末を400～600℃の温度で加圧焼結することにより製造される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも1種の金属間化合物形成元素を含有するAl系スパッタリング用ターゲット材において、最大径が実質的に50 μ m以下の金属間化合物を含有することを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項2】 請求項1に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、Alマトリックスに前記金属間化合物が均一に分散したマイクロ組織を有し、前記マイクロ組織中で0.5 μ m以上の最大径を有する金属間化合物が存在しないAl域の最大内接円径が200 μ m以下であり、かつ前記金属間化合物のアスペクト比が20以下であることを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項3】 請求項1又は2に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、金属間化合物形成元素及びAlからなる合金相と、Alマトリックス相とからなるマイクロ組織を有することを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、前記金属間化合物形成元素が3A族元素を含むことを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、前記金属間化合物形成元素の含有量が0.01～10原子%であり、残部が実質的にAlからなることを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項6】 請求項5に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、前記金属間化合物形成元素の含有量が0.01～5原子%であることを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項7】 請求項1～6のいずれかに記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、加圧焼結後に熱間圧延されてなることを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項8】 請求項7に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、前記合金相の最大径が実質的に200 μ m以下であることを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項9】 請求項1～8のいずれかに記載のAl系スパッタリング用ターゲット材において、スパッタ面の面積が0.3 m^2 以上であることを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材。

【請求項10】 0.01～10原子%の金属間化合物形成元素を含有し、残部が実質的にAlからなる合金の溶湯を急冷凝固法により粉末とした後、400～600 $^{\circ}\text{C}$ の温度で加圧焼結することを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法。

【請求項11】 請求項10に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法において、前記合金溶湯中の前

記金属間化合物形成元素の含有量が0.01～5原子%であることを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法。

【請求項12】 請求項11に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法において、前記金属間化合物形成元素が3A族元素を含むことを特徴とする方法。

【請求項13】 請求項10～12のいずれかに記載のAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法において、前記Al合金の急冷凝固粉末が実質的に200 μ m以下の最大粒径を有することを特徴とする方法。

【請求項14】 請求項10～13のいずれかに記載のAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法において、加圧焼結の後さらに400～600 $^{\circ}\text{C}$ の温度で熱間圧延を施すことを特徴とする方法。

【請求項15】 金属間化合物形成元素及びAlからなる急冷凝固Al合金粉末と純Al粉末とを混合し、400～600 $^{\circ}\text{C}$ の温度で加圧焼結することを特徴とするAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法。

【請求項16】 請求項15に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法において、前記金属間化合物形成元素が3A族元素を含むことを特徴とする方法。

【請求項17】 請求項15又は16に記載のAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法において、前記急冷凝固Al合金粉末が実質的に200 μ m以下の最大粒径を有することを特徴とする方法。

【請求項18】 請求項15～17のいずれかに記載のAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法において、加圧焼結の後さらに400～600 $^{\circ}\text{C}$ の温度で熱間圧延を施すことを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、液晶ディスプレイ(Liquid Crystal Display、以下LCDと略す。)の薄膜電極、薄膜配線等に用いられるAl系スパッタリング用ターゲット材、及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ガラス基板上に薄膜デバイスを形成してなるLCD、薄膜センサー等に用いる電気配線、電極等には、従来からCr、Ta、Ti等の高融点金属又はそれらの合金からなる薄膜が用いられてきた。ところが、最近のLCDの大型化及び高精細化にともない、配線や電極用の薄膜には信号の遅延を防止するために、低抵抗化、低応力化、特性の安定化等が要求されるようになってきた。

【0003】例えば12インチ以上の大型カラーLCDに用いられる電極では、比抵抗値を15 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 以下にすることが要求される。しかしCr、Ta、Ti等の高融点合金の薄膜では抵抗値が高いために、この比抵抗値の要求を満たすことができない。例えば、Crで約30 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 、Taで約180 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 、及びTiで約60 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ である。このた

め、これらの高融点金属より抵抗値が低い薄膜として、Al系薄膜を用いることが提案された。

【0004】またLCDの大型化及び高精細化にともない、LCD基板上に金属薄膜を形成するためのターゲット材にも大型化が要求されるようになってきた。高品質の金属薄膜を安定して形成するのに用いるスパッタ装置は、従来の非常に大きなインライン方式（基板搬送式）から、基板を静止させて成膜する枚様式に代わりつつある。この枚様式のスパッタ装置では基板より大きなターゲット材が要求される。このため従来は必要な大きさに
10 なるように2、3枚貼り合わせたターゲット材を使用していた。しかしながら張り合わせ式のターゲット材では、スパッタリングの際に継ぎ目から異物が発生し、薄膜に不良箇所が生じるという問題があった。そのため一体物のターゲット材が要求されている。その上現在主流になりつつある基板サイズは370 mm×470 mm以上であるので、このLCD基板に金属薄膜を形成するための枚様式スパッタ装置用のターゲット材は550mm×650 mm以上のスパッタリング面を有する必要がある。

【0005】大型のスパッタ面を有する一体的なターゲット材を形成するのに、圧延等の塑性加工が利用されている。Al合金は冷間又は熱間での塑性加工性に優れているため、CrやTa等の高融点金属と比較して、一体的で大きなターゲット材を製造しやすい。そのためAl合金からなる大型のターゲット材が種々提案された。このようなAl合金製ターゲット材を製造するのに最も簡単な方法として、 casting及び圧延を組合せた方法が挙げられる。この方法では、まずAl合金を鑄造してインゴットを製造し、必要に応じて機械加工した後、冷間又は熱間圧延を行い、最後に仕上げ加工を施してターゲット材とする。例
30 えば550mm×650 mm以上のスパッタリング面を有する大型のターゲット材を製造するためには、インゴットを大型にするとともに、約80%以上と高い圧延率で冷間又は熱間で塑性加工を行い、一体的なターゲット材を製造する。

【0006】ターゲット材の組成に関しても、多くの改良が提案されている。例えば純Al薄膜は比抵抗値が低い
が耐熱性に劣るので、TFT（Thin-Film-Transistor）の製造プロセス上で不可避である電極薄膜形成後の熱処理工程（250～400℃程度）等において、ヒロックと呼ばれる微小な突起が表面に生じる。ヒロックの発生メカニズムは必ずしも説明されていないが、現在ではストレスマイグレーション、サーマルマイグレーション等により発生すると考えられている。ヒロックが発生すると、Al薄膜配線や電極膜がショートしたり、ヒロックが貫通した絶縁膜や保護膜等を通してエッチング液等が内部に侵入してAl配線膜や電極膜の腐食を引き起こすという問題等が生じる。

【0007】このため、ターゲット材を純Al製とするのではなく、アルミニウムに少量の高融点金属又は希土類

元素を添加したAl合金をターゲットの素材とすることが提案された。

【0008】例えば、A. Joshi等の"Aluminum-samarium alloy for interconnections in integrated circuit s", J. Vac. Sci. Techno. A, Vol.8, No.3, May/Jun 1990, pp1480-1483 は、1重量%のSmを含有するAl合金を鑄造し、熱間圧延後に機械加工することにより得たターゲット材を開示している。このターゲット材を使用したスパッタリングにより形成されたAl合金薄膜は、直径0.3～0.5 μmのSmAl₃析出相を有し、SmAl₃析出相はお互いに5～10 μm離隔している。この文献は、SmのAlへの固溶度が低いので、Al合金薄膜は高導電率を有し、かつAl-Si、Al-Ti又はAl-Cu-Si合金と同等の低いヒロック成長率を示すと記載している。

【0009】特開平4-323872号は、Mn、Zr又はCrを0.05～1.0原子%含有する鑄造Al合金からなるスパッタリング用ターゲット材を開示している。また特公平4-48854号は、B 0.002～0.5重量%、及びHf、Nb、Ta、Mo及びWの少なくとも1種 0.002～0.7重量%を含有する鑄造Al合金からなるスパッタリング用ターゲット材を開示している。

【0010】WO92/13360は、0.01～1.0重量%のスカンジウム、又は0.01～1.0重量%のスカンジウムと0.01～3.0重量%のシリコン、チタン、銅、硼素、ハフニウム及び希土類元素（ただしスカンジウムを除く）からなる群から選ばれた少なくとも1種の元素とを含有し、残部が純度99.99%以上のアルミニウムからなるアルミニウム合金配線層を形成するためのスパッタリングターゲット材を開示している。これらの添加元素の少なくとも1種を高純度アルミニウムに配合し、溶解した後鑄造し、これに熱処理、圧延及び再熱処理を順次施して、均一微細な結晶組織を有するターゲット材に加工している。

【0011】特開平5-65631号は、合金成分としてTi、Zr及びTaの1種又は2種以上を合計で0.2～10原子%含有するAl合金からなるスパッタリング用ターゲット材を開示している。このターゲット材は鑄造法により形成される。

【0012】特開平5-335271号は、Al-Si合金にCu、Ti、Pd、Zr、Hf、Y及びScの少なくとも1種を0.01～3重量%添加してなるターゲットを開示している。このターゲットは、上記組成のAl合金を鑄造法により製造し、500～650℃の温度で30分以上加熱し、10分以内に室温まで急冷した後、圧延によりターゲットの形状に成形し、再度100～500℃の温度で5～30分加熱することにより製造される。鑄造されたAl合金ターゲット中では、上記添加元素とAlとの金属間化合物が形成され、Alマトリックス中に分散するが、金属間化合物はAlと比重が異なるため、偏析を生じやすいが、上記熱処理により組織の微細化と均一化が図られる。

【0013】特開平6-299354号は、Alに固溶限以上の希

土類元素又は遷移金属元素を非平衡的に固溶させたAl合金からなるスパッタリング用ターゲット材を開示している。このターゲット材は、①純Alのターゲット基板上に5mm角のIIIA～VIII族の希土類元素又は遷移金属元素のチップを設置した複合ターゲット、又は②希土類元素又は遷移金属元素を含有する铸造Al合金ターゲット材である。

【0014】特開平6-336673号は、チタンを除く4A又は5A族の金属元素の1種又は2種以上を0.2～6.0重量%、チタンを0.2～6.0重量%（4A又は5A族の金属元素の合計の30重量%以上）含有し、残部が実質的にアルミニウムからなる配線形成用スパッタリングターゲットを開示している。このターゲットではチタンの含有量を30重量%以上にするにより金属間化合物の偏析の防止が図られている。このターゲットは、上記組成を有するAl合金の溶湯から押上铸造法によりインゴットを製造し、インゴットを圧延することにより形成される。

【0015】特開平7-45555号は、Fe、Co、Ni、Ru、Rh及びIrの1種又は2種以上を合計で0.1～10原子%含有するAl合金からなる半導体用電極膜形成用スパッタリングターゲット、及び希土類元素の1種又は2種以上を0.05～15原子%含有するAl合金からなる半導体用電極膜形成用スパッタリングターゲットを開示している。スパッタリングにより形成されたAl合金薄膜を150～400℃の温度で熱処理し、金属間化合物を析出させている。このターゲットの具体的な構成は、①純Alの基板上に5mm角のFe、Co、Ni、Ru、Rh又はIrのチップ又は希土類元素のチップを設置した複合ターゲット、又は②Fe等又は希土類元素を含有する铸造Al合金ターゲットである。

【0016】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、従来はヒロックを防止するための添加元素の選択や、形成された金属間化合物の偏析を防止する铸造方法に重点が置かれていた。例えば铸造法によりターゲット材を得る場合に、できるだけ急冷することによりインゴット組織中のAlと添加元素の金属間化合物のマクロ的な偏析は防止できる。しかし铸造法の場合、組織中に薄片状等の金属間化合物が凝集して、どうしてもミクロ的な偏析が残留するため、LCDの微細な配線用等に用いる薄膜に適さない。

【0017】ターゲット材のマクロ的な偏析を防止する方法として、原料粉末を混合して焼結する方法が考えられる。純Al粉末と添加元素単体粉末の混合物を原料とすると、原料粉末の粒径が大きくなるにつれて金属間化合物の偏析も大きくなることが分かった。偏析を小さくするためには微細な原料粉末を使用する必要があるが、微細なAl粉末及び添加元素単体粉末は、酸化や発火のおそれがあるために取扱が難しいのみならず、混合時に凝集しやすいという問題もある。そのため純Al粉末と添加元素単体粉末の混合物を使用する焼結法では、満足な均一

微細組織を有するターゲット材を得るのは難しい。また添加元素とAlとの金属間化合物を予め作製しこれを粉碎してなる粉末を、純Al粉末と混合する方法も考えられるが、金属間化合物を微細化するには限界がある。粗大な金属間化合物が存在すると、Alと金属間化合物とのスパッタ効率の違いのために、形成するAl合金薄膜中の添加元素濃度が経時的に変動するという問題もある。

【0018】その他に、大型の铸造Al合金製ターゲット材を用いてスパッタすると、ターゲット材からスプラッシュと呼ばれる異常な飛沫が発生するおそれがあるという問題がある。スプラッシュは通常のスパッタ粒子より著しく大きいために、LCD等の基板表面に付着すると配線間のショートの原因となる。スプラッシュがあるとLCDの製造歩留まりが著しく低下するので、スプラッシュの防止は大型LCDの場合に特に重大である。

【0019】スプラッシュの発生原因について鋭意検討の結果、スプラッシュの原因がターゲット材中に存在する微小な空孔にあることを見いだした。微小な空孔は、①大型のインゴットを铸造する場合にAlの熱収縮が大きいために発生する引け巣とか、②Alの溶湯（水素を溶存する）が凝固する際に水素を放出するために生じる微細な空孔等である。特に金属間化合物の偏析を防止するためにインゴットをできるだけ急冷して凝固させると、インゴット中に空孔が形成されやすくなる。また圧延加工を施す場合、添加元素とAlとの金属間化合物がインゴット中に存在すると、圧延中に破損し、やはり空孔の原因となる。

【0020】ターゲット材中における微小な空孔の発生を抑えるべく鋭意研究を行った結果、铸造法を利用する限り引け巣や溶存水素による空孔の発生を抑えることは困難であることが分かった。これに対して、粉末焼結法を使用すると引け巣や溶存水素による空孔の発生を抑制することができるが、添加元素単体粉末とAl粉末との混合物を焼結することにより形成したターゲット材では、添加元素とAlとの反応により薄片状の粗大な金属間化合物が形成されるので、圧延加工を行うと金属間化合物の割れにより、空孔が発生する場合があることが分かった。

【0021】従って本発明の目的は、金属間化合物が微細で、スパッタリングの際にスプラッシュの発生の原因になる微小な空孔の発生が抑制されたミクロ組織を有し、もって均一でスプラッシュが著しく少ない低抵抗のAl合金薄膜を形成することができるAl系スパッタリング用ターゲット材を提供することである。

【0022】本発明のもう1つの目的は、かかるAl系スパッタリング用ターゲット材の製造方法を提供することである。

【0023】

【課題を解決するための手段】上記目的に鑑み鋭意研究の結果、本発明者等は、ヒロック防止作用を有する添加

元素を含有するAl合金の溶湯から急凝固Al合金粉末を形成し、これを単独又はAl粉末と混合して加圧焼結すると、薄片状に成長しやすい金属間化合物の成長が抑制され、微細な金属間化合物が均一に分散したミクロ組織を有する焼結体が得られること、また得られた焼結体を圧延加工すると金属間化合物の割れなしに均一かつ微細な組織を有するターゲット材が得られ、もってスパッタリングの際にスプラッシュを防止できるとともに、得られるAl合金薄膜中における添加元素の濃度変動も抑制できることを発見し、本発明に到達した。

【0024】すなわち、本発明の第一のAl系スパッタリング用ターゲット材は、少なくとも1種の金属間化合物形成元素を含有し、金属間化合物の最大径が実質的に50 μm 以下であることを特徴とする。

【0025】本発明の第二のAl系スパッタリング用ターゲット材は、金属間化合物形成元素及びAlからなる合金相と、Alマトリックス相とからなるミクロ組織を有し、合金相中の金属間化合物の最大径が実質的に50 μm 以下であることを特徴とする。

【0026】本発明のAl系スパッタリング用ターゲット材を製造する第一の方法は、金属間化合物形成元素を0.01~10原子%、好ましくは0.01~5原子%含有し、残部が実質的にAlからなる合金の溶湯を急凝固法により粉末とした後、400~600 $^{\circ}\text{C}$ の温度で加圧焼結することを特徴とする。

【0027】本発明のAl系スパッタリング用ターゲット材を製造する第二の方法は、金属間化合物形成元素及びAlからなる急凝固Al合金粉末と純Al粉末とを混合し、400~600 $^{\circ}\text{C}$ の温度で加圧焼結することを特徴とする。金属間化合物形成元素の含有量は0.01~10原子%、好ましくは0.01~5原子%である。

【0028】

【発明の実施の形態】 [A] ターゲット材

[1] 第一のターゲット材

(1) 組成

第一のターゲット材は、少なくとも1種の金属間化合物形成元素を含有するAl合金からなる。金属間化合物形成元素として、①Mg等の2A族元素、②Sc、Y及びランタノイドからなる希土類元素と称される3A族元素、③Ti、Zr、Hf等の4A族元素、④V、Nb、Ta等の5A族元素、⑤Cr、Mo、W等の6A族元素、⑥Mn、Tc、Re等の7A族元素、⑦Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt等の8族元素、⑧Cu、Ag、Au等の1B族元素が挙げられる。上記添加元素のうち、希土類元素(3A族)が好ましい。また遷移元素を用いる場合、希土類元素を少なくとも1種添加するのが好ましい。

【0029】Al合金は金属間化合物形成元素(添加元素)を0.01~10原子%含有し、残部が実質的にAlからなるのが好ましい。添加元素が10原子%を超えると、金属間化合物の形成量が多くなりすぎ、加圧焼結や圧延で空

孔が生じるおそれが高くなる。また添加元素の含有量が0.01原子%未満であると、十分な金属間化合物が形成されず、ヒロック防止効果が得られない。第一のターゲット材の場合、添加元素のより好ましい含有量は元素によって異なるが、0.01~5原子%であり、特に好ましい含有量は0.01~1原子%である。

【0030】(2) ミクロ組織

第一のターゲット材は、図1に概略的に示すように、Alマトリックス1に金属間化合物2が均一に分散したミクロ組織を有する。

【0031】金属間化合物2の最大径は実質的に50 μm 以下である。ここで「最大径」とは、異形状の金属間化合物2の断面の任意の2点を結ぶ直線(径)のうち最大のものをいい、例えば図2に示すように金属間化合物2の断面が長円形であれば、その最も長い直径(線分A-Bの長さ D_{max})に相当する。最大径 D_{max} が50 μm 以下の金属間化合物2がAlマトリックス中に分散することにより、全塑性加工率が50%以上であっても、金属間化合物の割れに起因する空孔は発生せず、スプラッシュの増加もない。より好ましい金属間化合物の最大径 D_{max} は25 μm 以下であり、特に10 μm 以下が好ましい。

【0032】最大径が0.5 μm 以上の金属間化合物2のアスペクト比は20以下、好ましくは10以下であり、特に好ましくは5以下である。ここで「アスペクト比」は、図2に示すように D_{max}/W である(ただしWは線分A-Bに直交する径のうち最大のものである)。スプラッシュの原因となる空孔の発生は、ミクロ組織中の金属間化合物のサイズ及び形状に依存し、スプラッシュを防止するためには、ターゲット素材中に存在する金属間化合物が製造工程中に割れないように、できるだけ微細にするとともに偏平又は細長くなりすぎないようにする必要がある。後述する急凝固Al合金粉末を使用することにより、ターゲット材組織中の金属間化合物のアスペクト比を20以下とすることができ、もって圧延してもスプラッシュの原因となる空孔を生成しにくくすることができる。

【0033】金属間化合物2はAlマトリックス中にできるだけ均一に分散しているのが好ましく、具体的には0.5 μm 以上の最大径を有する金属間化合物2が存在しないAl域(純Al域)の最大内接円径が実質的に200 μm 以下であるのが好ましい。ここで「最大内接円径」とは、図1に概略的に示すように、0.5 μm 以上の最大径を有する金属間化合物2により包囲された純Al域4に内接する円のうち最大の円6の直径Lをいう。純Al域4の最大内接円径Lが200 μm 超であると、スパッタ薄膜の組成が不均一になり、ヒロックが発生するおそれがある。純Al域4のより好ましい最大内接円径Lは50 μm 以下であり、特に好ましい最大内接円径Lは20 μm 以下である。なお純Al域4を決める際に0.5 μm 未満の最大径を有する金属間化合物を除外したのは、光学顕微鏡で同定しに

くいためであり、また $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 未満の最大径を有する金属間化合物が存在してもスパッタ薄膜の組成の均一性にほとんど影響しないからである。

【0034】[2] 第二のターゲット材

(1) 組成

比較的多量の添加元素を含有するAl合金粉末を焼結すると、得られる焼結体の組織において金属間化合物の化合物相の比率、最大径及びアスペクト比が高くなる場合がある。このような組織を有する焼結体を圧延し、大型のターゲット材を得ようとする、金属間化合物相に割れ欠陥が発生しやすくなり、スブラッシュの原因になる。そこで、本発明の第二のターゲット材では、Al合金がAlマトリックスに分散した形になっており、変形抵抗の低いAlマトリックスにより金属間化合物相への変形応力が緩和され、大型で高濃度の添加元素を含有するターゲット材を形成できるようになる。

【0035】図3に概略的に示すように、第二のターゲット材は、高濃度の金属間化合物10を含有するAl合金相12と純Alマトリックス相14とからなる。Al合金相12は少なくとも1種の金属間化合物形成元素を含有するが、金属間化合物形成元素（添加元素）自体は第一のターゲット材に使用したものと同じで良い。Al合金相12は金属間化合物形成元素を $0.1\sim 20$ 原子%含有し、残部は実質的にAlからなるのが好ましい。特に3A族元素の含有量が20原子%を超えると合金分中に生成される金属間化合物の最大径が $50\text{ }\mu\text{m}$ を越え、アスペクト比も増加する傾向にある。このような粉末を使用した焼結体では、圧延で空孔（欠陥）が生じやすい。よって、第二のターゲット材で使用するAl合金粉末における添加元素のより好ましい含有量は20原子%以下であり、特に $0.01\sim 10$ 原子%である。またターゲット材の全組織中の添加元素含有量は $0.01\sim 10$ 原子%であり、好ましくは $0.01\sim 5$ 原子%であり、より好ましくは $0.01\sim 2$ 原子%である。純Al相は純度99.99%以上の高純度Alからなるのが好ましい。

【0036】(2) ミクロ組織

変形抵抗の大きいAl合金からなる合金相12に、変形抵抗の小さい純Alマトリックス相14が介在すると、純Alマトリックス相14はバインダーとしての作用を発揮する。また変形抵抗の小さいAlマトリックス相14は合金相12にかかる変形応力を緩和する。その結果、合金相12と純Alマトリックス相14からなる第二のターゲット材の場合は、合金相単独の場合よりも塑性加工時の微細な割れに起因する空孔の発生が抑制され、それに応じてスブラッシュの発生も抑制される。

【0037】Al合金相12は比較的高濃度の金属間化合物10が分散したいわゆる共晶組織を有し、その中の金属間化合物10の最大径は $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。金属間化合物10の最大径 D_{max} が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下であるために、全塑性加工率が50%以上であっても、金属間化合物の割れに起因する空孔は発生せず、スブラッシュの発生もない。より好

ましい金属間化合物の最大径 D_{max} は $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、特に $15\text{ }\mu\text{m}$ 以下が好ましい。また、最大径が $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物10のアスペクト比は20以下、好ましくは15以下であり、特に好ましくは10以下である。合金相12中の金属間化合物のアスペクト比を20以下とすることで、圧延してもスブラッシュの原因となる空孔を生成しにくくすることができる。

【0038】図4に示すように、金属間化合物10は合金相12中にできるだけ均一に分散しているのが好ましく、具体的には $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上の最大径 D_{max} を有する金属間化合物10が存在しない純Al域16の最大内接円18の直径Lが $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下であるのが好ましい。純Al域16のより好ましい最大内接円径Lは $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、特に $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下が好ましい。

【0039】また、Al合金相12の最大長径は実質的に $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下が好ましく、特に $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であるのが好ましい。Al合金相12を実質的に $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下にすることにより、Al合金相12中の金属間化合物が微細になり、変形応力による欠陥をさらに抑制できるので好ましい。

【0040】[3] スパッタ面積

大型のLCD用には大きなスパッタ面積を有するターゲット材を使用する必要があり、特に現在主流のLCDの電極用としては、第一のターゲット材及び第二のターゲット材のいずれにおいても、 0.3 m^2 以上のスパッタ面積を有するものが好ましい。大きなスパッタ面積を有するターゲット材は熱間圧延によって得るが、本発明の第一及び第二のターゲット材では、圧延率が50%を超えても、金属間化合物の割れに起因する空隙が発生しにくいので、大きな面積を有するターゲット材に特に適している。

【0041】[B] ターゲット材の製造方法

第一及び第二のターゲット材のいずれも、急凝固粉末を容器に充填し、HIP又はホットプレス等の方法で加圧焼結を行うことにより製造する。

【0042】[1] 第一のターゲット材の製造方法

(1) 急凝固Al合金粉末の製造

第一のターゲット材用粉末は、金属間化合物形成元素を含有するAl合金の急凝固粉末である。急凝固Al合金粉末は、Al合金の溶湯を窒素、アルゴン等の不活性ガス雰囲気中に噴出することにより微細粒子とするガスアトマイズ法により製造することができる。

【0043】ガスアトマイズ法等の急凝固法の使用により、①従来の鑄造法によるAlのマクロ偏析を防止するだけでなく、②粗大なデンドライト組織が発達せずに、微細に分散した金属間化合物が析出したミクロ組織を有するターゲット材を形成することができる。このようなミクロ組織を有するターゲット材を使用してスパッタリングすると、著しく均一な組成分布を有するAl合金薄膜を形成することができる。

【0044】急凝固Al合金粉末は、Al固溶体マトリッ

クス相に金属間化合物析出相が均一に分散してなる共晶組織を有し、金属間化合物相の分散により純Al粉末に比べて変形抵抗が高い。そのため、急冷凝固Al合金粉末のみを使用する第一のターゲット材の場合には、急冷凝固Al合金粉末中の金属間化合物形成元素の含有量を比較的低くする必要があり、具体的には0.01~10原子%とし、好ましくは0.01~5原子%とし、より好ましくは0.01~1原子%とする。金属間化合物形成元素の含有量が前記範囲内にあると、急冷凝固Al合金粉末のみからなる焼結体は均一で微細な金属間化合物相を有し、熱間圧延による金属間化合物の割れが起こりにくい。

【0045】Al合金粉末の最大粒径は実質的に200 μ m以下とする。最大粒径が実質的に200 μ m以下のAl合金粒子は凝固速度が速く、金属間化合物が薄板状に成長せずに微細に凝固する。従って、最大粒径が実質的に200 μ m以下の急冷凝固Al合金粉末を加圧焼結すれば、後の熱間圧延加工によってもスブラッシュの原因となる空孔の発生を十分防止できる。急冷凝固Al合金粉末の好ましい最大粒径は150 μ m以下であり、特に好ましくは100 μ m以下である。急冷凝固法により得られるAl合金粉末を用いることにより、Alマトリックスに分散する金属間化合物の最大径は実質的に50 μ m以下となり、好ましくは25 μ m以下、より好ましくは10 μ m以下となる。

【0046】このようにAlと金属間化合物形成元素からなる急冷凝固Al合金粉末は、純Al粉末と金属間化合物形成元素粉末との混合物では得られない微細な組織を有するので、それから得られるターゲット材の組織も均一で空孔がない。

【0047】(2) 加圧焼結

急冷凝固Al合金粉末を圧密し、HIP、ホットプレス等の加圧焼結を行う。HIPの場合には、純鉄等の比較的柔軟で耐熱性を有する金属容器内に急冷凝固Al合金粉末を充填し、脱気した後封止し、加圧加熱する。またホットプレスの場合にはプレス金型のキャビティー内に急冷凝固Al合金粉末を充填し、プランジャーで加圧しながら加熱する。いずれにしても、焼結温度は400~600℃であるのが好ましい。400℃未満では加圧下でも焼結が進行しにくく、また600℃を超えるとAlが溶解するおそれがあるため好ましくない。より好ましい焼結温度は450~550℃である。

【0048】スブラッシュ発生の原因となる空孔のない緻密な焼結体とするためには、焼結圧力を50MPa以上とするのが好ましい。より好ましい焼結圧力は100~200MPaである。またこれらの温度及び圧力条件下で焼結時間は1時間以上が好ましい。このようにして得られる未圧延ターゲット材の欠陥数(長径1 μ m以上の空孔の数であり、染色浸透探傷法により求めることができる)は一般に10個/mm²以下である。

【0049】(3) 熱間圧延

得られた焼結体の組織をより均一にするとともに、大き

なスパッタ面積、特に0.3 m²以上のスパッタ面積を有するターゲット材を得るために、焼結体を熱間圧延するのが好ましい。熱間圧延温度は、実質的にAlの再結晶温度以上で、かつ圧延加工による局所的な温度上昇によってもAlの融点を超えない温度以下とするのが好ましい。具体的には、熱間圧延温度は400~600℃とするのが好ましく、400~550℃とするのがより好ましい。

【0050】圧延率は80%以下とするのが好ましい。なお50%以上の圧延率とする場合には、加工温度を400~600℃と高めにすることにより、圧延時に金属間化合物の割れを低下させることができる。このようにして得られる圧延ターゲット材の欠陥数(長径1 μ m以上の空孔の数であり、染色浸透探傷法により求めることができる)は一般に10個/mm²以下、特に5個/mm²以下である。

【0051】[2] 第二のターゲット材の製造方法

(1) 急冷凝固粉末の製造

(a) Al合金粉末

第二のターゲット材に使用する急冷凝固Al合金粉末自体は本質的に第一のターゲット材に使用するものと同じでよいが、純Al粉末と混合するので、Al合金粉末中の組成はターゲット材の目標組成よりも高めに設定する必要がある。急冷凝固法により得られるAl合金粉末を用いることにより、合金相中に分散する金属間化合物の最大径は実質的に50 μ m以下となり、好ましくは30 μ m以下となり、より好ましくは15 μ m以下となる。

【0052】また最大粒径が実質的に200 μ m以下のAl合金粉末を用いるため、合金相の最大径も実質的に200 μ m以下となる。合金粉末中の金属間化合物の大きさは粒径の大きさと相関があり、典型的には粒径が実質的に200 μ m以下の粒子では微細な析出物が得やすく、これを焼結すれば圧延などの変形圧力による欠陥の生成を抑制できることが見出された。Al合金粉末のより好ましい最大粒径は150 μ m以下であり、特に好ましくは100 μ m以下である。

【0053】(b) 純Al粉末

純Al粉末は純度99.99%以上の高純度Alからなり、Al合金粉末と同様にガスアトマイズ方法により製造することができる。純Al粉末の最大粒径は実質的に200 μ m以下であるのが好ましい。最大粒径が実質的に200 μ mを超えると、Al合金粉末との混合が不均一になるので好ましくない。純Al粉末の好ましい最大粒径は150 μ m以下であり、特に好ましくは100 μ m以下である。

【0054】(2) 急冷凝固粉末の混合

Al合金粉末は比較的多量の添加元素を含有する場合、その分だけ変形抵抗が高い。そのためHIP、ホットプレス等でも焼結体に空孔が残留するだけでなく、熱間圧延により金属間化合物の割れが起こりやすい。

【0055】本発明の第二のターゲット材は、変形抵抗の低い純Al粉末と均一に混合することにより上記問題点

を解消したものである。Al合金相がAlマトリックスに分散した形になっており、圧延による金属間化合物相に加わる変形応力が変形抵抗の低いAlマトリックスにより緩和され、大型で高濃度の添加元素を含有するターゲット材を形成できるようになる。Al合金粉末に対する純Al粉末の混合量は、Al合金粉末中の添加元素含有量が大きい場合、①Al合金粉末の高い変形抵抗を緩和するのに十分な量とする必要があるとともに、②スパッタリングにより形成される薄膜の組織が不均一にならないように、設定する必要がある。

【0056】(3) 加圧焼結

急凝固粉末の混合物を加圧焼結すると、焼結欠陥の少ないターゲット材が得られる。加圧焼結条件は第一のターゲット材の場合と同じでよい。

【0057】(4) 熱間圧延

急凝固粉末の混合物からなる焼結体を熱間圧延すると、変形抵抗の高いAl合金相もその周囲の純Al相の存在により過大な応力を受けることがなく、従って金属間化合物の破損により空孔が発生することもない。熱間圧延条件は第一のターゲット材の場合と同じでよい。

【0058】

【実施例】本発明を以下の実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はそれらの実施例に限定されるものではない。

【0059】実施例1～10

表1に示す組成を有するAl合金を窒素ガス雰囲気中でガスアトマイズし、得られた粉末を最大粒径が $60\mu\text{m}$ となるように分級した。各粉末を内径133mm、高さ15mm及び肉厚2mmの軟鉄製の缶に充填し、 10^{-3}Pa 以下の圧力に排気を行いながら加熱し、脱ガスを行った。次に圧力127MPa、温度550℃の条件下で3時間HIP（熱間静水圧プレス）により加圧焼結した後、軟鉄製の缶を機械加工により除去し、直径100mm及び厚さ4mmの焼結・無圧延・単相ターゲット材を得た。

【0060】各ターゲット材のマイクロ組織を光学顕微鏡（400倍）で観察し、マイクロ組織中に存在する金属間化合物の最大径、最大アスペクト比（長径／短径の最大値）、及び純Al域の最大内接円径（ $0.5\mu\text{m}$ 以上の最大径を有する金属間化合物が存在しないAl域の最大内接円径）を測定した。また各ターゲット材の表面を鏡面研磨し、染色浸透探傷法により $1\mu\text{m}$ 以上の長径を有する空孔を欠陥としてカウントし、 1mm^2 当たりの欠陥数を求めた。測定結果を表1に示す。Al-2原子%Ndの組成を有する実施例10のターゲット材のマイクロ組織の光学顕微鏡写真（400倍）を図5に示す。

【0061】比較例1～3

表1に示す組成を有するAl合金の溶湯を使用して、直径150mm及び高さ100mmの円柱形状のキャビティを有する鑄型により鑄造し、機械加工により直径100mm及び厚さ4mmの鑄造・無圧延・単相ターゲット材を得た。

【0062】ターゲット材のマイクロ組織中に存在する金属間化合物の最大径、最大アスペクト比及び純Al域の最大内接円径、並びにマイクロ組織中の欠陥数を実施例1と同じ方法で求めた。測定結果を表1に示す。さらに比較例3のターゲット材のマイクロ組織の光学顕微鏡写真（400倍）を図6に示す。

【0063】実施例1～10及び比較例1～3の各ターゲット材を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法により、Ar圧力0.3Pa及び投入電力0.5kWの条件下で、4インチのSiウェーハ上にスパッタリングを行った。ターゲット材1枚につき10枚の薄膜（膜厚200nm）を形成した。各Al合金薄膜の表面に認められた $5\mu\text{m}$ 以上のサイズ（長径）の隆起状物をスブラッシュと見なし、基板1枚当たりの平均スブラッシュ数を算出した。結果を表1に併せて示す。

【0064】

【表1】

10

20

30

例No.	粉末組成 (原子%)		HIP焼結条件			ターゲット					薄膜
	合金粉末	純Al粉	温度 (°C)	時間 (h)	圧力 (MPa)	組成 (原子%)	化合物 最大径 (mm)	化合物の 最大アス ペクト比	Al域の最大 内接円径 (mm)	欠陥数 個/mm ²	スブラッシュ数 (個/枚)
実施例1	Al-0.5Ti	なし	550	3	127	Al-0.5Ti	3	1.8	40	2	0.1
実施例2	Al-1.0Ti	なし	550	3	127	Al-1.0Ti	5	1.5	25	5	0.5
実施例3	Al-2.0Ti	なし	550	3	127	Al-2.0Ti	10	1.7	15	4	0.2
実施例4	Al-0.5Ti-0.5Ta	なし	550	3	127	Al-0.5Ti-0.5Ta	4.5	1.4	23	6	0.8
実施例5	Al-1.0Ce	なし	550	3	127	Al-1.0Ce	2	1.3	7	4	0.7
実施例6	Al-1.0Ce-1.0Cu	なし	550	3	127	Al-1.0Ce-1.0Cu	3.5	1.8	5	3	0.5
実施例7	Al-1.0Ce-1.0Zr	なし	550	3	127	Al-1.0Ce-1.0Zr	4.5	1.4	4.5	4	0.7
実施例8	Al-0.5Nd	なし	550	3	127	Al-0.5Nd	1	1.5	10	3	0.5
実施例9	Al-1.0Nd	なし	550	3	127	Al-1.0Nd	2	2	7	2	0.2
実施例10	Al-2.0Nd	なし	550	3	127	Al-2.0Nd	5	1.5	4	2	0.3
比較例1	Al-1.0Ti*	なし	—	—	—	Al-1.0Ti	25	22	25	15	2
比較例2	Al-0.5Ti-0.5Ta*	なし	—	—	—	Al-0.5Ti-0.5Ta	30	30	30	18	5
比較例3	Al-2.0Nd*	なし	—	—	—	Al-2.0Nd	30	19	30	22	4

(注) *: 鋳造用合金溶湯の組成

【0065】表1及び図5、6から明らかなように、実施例1～10の焼結・無圧延・単相ターゲット材は微細な金属間化合物が均一に分散したマイクロ組織を有する。一方、比較例1～3の鋳造・無圧延・単相ターゲット材においては、金属間化合物のアスペクト比が増加し（扁平な金属間化合物となっており）、また0.5 μm以上の最大径を有する金属間化合物が存在しない純Al域が広いことが分かった。なお染色浸透探傷法により求めた欠陥数については、鋳造・無圧延・単相ターゲット材の方が焼結・無圧延・単相ターゲット材より著しく多くなる傾向が見られた。また、比較例1～3の鋳造・無圧延・単相ターゲット材では、欠陥数の多さに対応してスブラッシュの発生が多かった。

【0066】実施例11～20

表2に示す組成のAl合金を窒素ガス雰囲気中でガスアトマイズ法により急冷凝固粉末とした後、最大粒径60 μmとなるよう分級した。各粉末を330 mm×530 mm×50mmの内容積を有する肉厚2 mmの軟鉄製の缶に充填し、10⁻³ Pa以下の圧力に排気を行いながら加熱を行い脱ガスを行った。次に圧力127MPa、温度550 °Cの条件下で3時間HIPした後、表2に示す温度及び圧下率で熱間圧延を行った。次いで機械加工により550 mm×690 mm×6 mmの焼結・圧延・単相ターゲット材を得た。

【0067】ターゲット材のマイクロ組織中に存在する金属間化合物の最大径、最大アスペクト比及び純Al域の最大内接円径、並びにマイクロ組織中の欠陥数を実施例1と同じ方法で求めた。測定結果を表2に示す。Al-2原子%Ndの組成を有する実施例20のターゲット材のマイクロ組織の光学顕微鏡写真（400倍）を図7に示す。

【0068】比較例4～7

表2に示すそれぞれ最大粒径35 μmの添加元素単体粉末

と、最大粒径60 μmの純Al粉末とをロッキングミキサーで混合し、表2に示す組成を有する混合粉末を得た。この混合粉末を実施例1と同様に330 mm×530 mm×50mmの内容積を有する肉厚2 mmの軟鉄製の缶に充填し、脱ガスを行った後、HIP、熱間圧延及び機械加工を施して、550 mm×690 mm×6 mmの焼結・圧延・単相ターゲット材を得た。

【0069】ターゲット材のマイクロ組織中に存在する金属間化合物の最大径、最大アスペクト比及び純Al域の最大内接円径、並びにマイクロ組織中の欠陥数を実施例1と同じ方法で求めた。測定結果を表2に示す。

【0070】比較例8～10

表2に示す組成を有するAl合金の溶湯を使用して、400 mm×600 mm×50 mmのキャビティを有する鉄製鋳型により鋳造し、これに表2に示す温度及び圧下率で熱間圧延を施し、次いで機械加工を施して鋳造・圧延・単相ターゲット材を得た。

【0071】ターゲット材のマイクロ組織中に存在する金属間化合物の最大径、最大アスペクト比及び純Al域の最大内接円径、並びにマイクロ組織中の欠陥数を実施例1と同じ方法で求めた。測定結果を表2に示す。比較例10のターゲット材のマイクロ組織の光学顕微鏡写真（400倍）を図8に示す。

【0072】実施例11～20及び比較例4～10の各ターゲット材を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法により、Ar圧力0.3Pa及び投入電力11kWの条件下で、370 mm×470 mm×1.1 mmのガラス基板上にスパッタリングを行った。ターゲット材1枚につき10枚の薄膜（膜厚200 nm）を形成した。各Al合金薄膜の表面に認められた5 μm以上のサイズ（長径）の隆起状物をスブラッシュと見なし、基板1枚当たりの平均スブラッシュ数を算出し

た。結果を表2に合わせて示す。

*【表2】

【0073】

*

例No.	粉末組成 (原子%)		HIP焼結条件		圧延条件		ターゲット				欠陥数 個/mm ²	スプラッシュ数 (個/枚)
	合金粉末	純Al粉	温度 (°C)	時 間 (h)	圧力 (MPa)	温 度 (°C)	組成 (原子%)	化合物 最大径 (nm)	化合物の 最大アス ペクト比	Al域の最大 内径円径 (nm)		
実施例11	Al-0.5Ta	なし	550	3	127	550	Al-0.5Ta	5	1.8	25	3	0.1
実施例12	Al-1.0Ta	なし	550	3	127	550	Al-1.0Ta	5	1.5	20	4	0.3
実施例13	Al-2.0Ta	なし	550	3	127	550	Al-2.0Ta	10	1.7	15	2	0.2
実施例14	Al-0.5Zr-0.5W	なし	550	3	127	550	Al-0.5Zr-0.5W	4.5	1.4	23	3	0.2
実施例15	Al-1.0Y	なし	550	3	127	550	Al-1.0Y	2	1.3	7	2	0.2
実施例16	Al-1.0Y-1.0Ni	なし	550	3	127	550	Al-1.0Y-1.0Ni	3.5	1.8	5	3	0.4
実施例17	Al-1.0Y-1.0Zr	なし	550	3	127	550	Al-1.0Y-1.0Zr	4.5	1.4	4.5	2	0.2
実施例18	Al-0.5Nd	なし	550	3	127	550	Al-0.5Nd	1	1.5	10	2	0.1
実施例19	Al-1.0Nd	なし	550	3	127	550	Al-1.0Nd	2	2	7	3	0.2
実施例20	Al-2.0Nd	なし	550	3	127	550	Al-2.0Nd	5	1.5	4	3	0.4
比較例4	W	添加	550	3	127	550	Al-3W	55	1.7	25	60	6
比較例5	Zr, W	添加	550	3	127	550	Al-0.5Zr-0.5W	50	1.4	30	65	5
比較例6	Y, Ni	添加	550	3	127	550	Al-1.0Y-1.0Ni	65	1.6	50	55	2.1
比較例7	Y	添加	550	3	127	550	Al-1.0Y	70	1.7	70	45	1.3
比較例8	Al-1.0Y*	なし	—	—	—	550	Al-1.0Y	25	25	20	25	2
比較例9	Al-0.5Zr-0.5W*	なし	—	—	—	550	Al-0.5Zr-0.5W	30	35	25	30	4
比較例10	Al-2.0Nd*	なし	—	—	—	550	Al-2.0Nd	30	30	20	35	4.2

(注) *: 鋳造用合金溶湯の組成

【0074】表2及び図7、8から明らかなように、実施例11～20の焼結・圧延・単相ターゲット材は微細な金属間化合物が分散したミクロ組織を有していた。一方、添加元素単体粉末と純Al粉末との混合物から調製した比較例4～7の焼結・圧延・単相ターゲット材は、粗大な金属間化合物が存在するミクロ組織を有していた。このため比較例4～7のターゲット材には多数の空孔が形成されていた。また比較例8～10の鋳造・圧延・単相ターゲット材においては、比較例4～7の焼結・圧延・単相ターゲット材より金属間化合物が微細になっているが、金属間化合物のアスペクト比は大きく、また0.5 μm以上の最大径を有する金属間化合物が存在しない純Al域も広がった。また実施例11～20と比較すると欠陥数が増加していた。これはアスペクト比の大きい金属間化合物が

割れて、空孔を生じたものと推測される。

【0075】また、比較例4～7の焼結・圧延・単相ターゲット材及び比較例8～10の鋳造・圧延・単相ターゲット材では、欠陥数の多さに対応してスプラッシュの発生が多かった。

【0076】実施例21～25

表3に示す組成のAl合金及び純Alをそれぞれ窒素ガス雰囲気中でガスアトマイズ法により急冷凝固粉末とした後、150 μm以下の粒径に分級した。得られたAl合金粉末と純Al粉末を表3に示す目標組成となるようロッキングミキサーにより混合した後、φ133 mm×10mmの内容積を有する肉厚2 mmの軟鉄製の缶に充填し、10⁻³ Pa以下に排気を行いながら400 °Cで3時間脱気を行い、封止した。しかる後、表3に示す温度及び127 MPaの圧力で3時

間HIPし、缶を除去した後機械加工を施して、合金相+Alマトリックス相からなる複合組織を有するφ100 mm×4 mmの円板状の焼結・無圧延・複合相ターゲット材を得た。またAl合金粉末のみを用いた以外同じ方法で、焼結・無圧延・単相ターゲット材を得た（実施例24、25）。

【0077】各ターゲット材の合金相中に存在する金属間化合物の最大径、最大アスペクト、並びに全組織（合金相+Alマトリックス相）中の欠陥数（長径1 μm以上の欠陥の数）を実施例1と同じ方法で求めた。測定結果を表3に示す。Al-2原子%Ndの組成を有する実施例21の焼結・無圧延・複合相ターゲット材のミクロ組織の光*

* 学顕微鏡写真（100倍）を図9に示す。

【0078】実施例21～25の各ターゲット材を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法により、Ar圧力0.3Pa及び投入電力11kWの条件下で、370 mm×470 mm×1.1 mmのガラス基板上にスパッタリングを行った。ターゲット材1枚につき10枚の薄膜（膜厚200nm）を形成した。各Al合金薄膜の表面に認められた5 μm以上のサイズ（長径）の隆起状物をスブラッシュと見なし、基板1枚当たりの平均スブラッシュ数を算出した。結果を表3にawせて示す。

【0079】

【表3】

例No.	粉末組成（原子%）		HIP焼結条件			ターゲット				薄膜
	合金粉末	純Al粉	温度（℃）	時間（h）	圧力（MPa）	組成（原子%）	化合物最大径（nm）	化合物の最大アスペクト比	欠陥数（個/mm ² ）	スブラッシュ数（個/枚）
実施例21	Al-8Nd	添加	550	3	127	Al-2Nd	12	10	0	0
実施例22	Al-6Ni	添加	550	3	127	Al-2Ni	14	8	0	0
実施例23	Al-7Cu-7Si	添加	550	3	127	Al-1Cu-1Si	18	15	0	0
実施例24	Al-2Ni	なし	550	3	127	Al-2Ni	5	3	2	0.5
実施例25	Al-1Cu-1Si	なし	550	3	127	Al-1Cu-1Si	4	4	1	0.7

【0080】図9から明らかなように、合金相（写真中斑模様）とAlマトリックス相（写真中灰色）を有する実施例21～25のターゲット材のミクロ組織では、空孔はほとんど認められなかった。また実施例21～23の焼結・無圧延・複合相ターゲット材では、実施例24、25の焼結・無圧延・単相ターゲット材と比較して、スブラッシュの発生が少なかった。

【0081】実施例26～30

表4に示す組成のAl合金及び純Alをそれぞれ窒素ガス雰囲気中でガスアトマイズ法により急凝固粉末とした後、150 μm以下の粒径に分級した。得られたAl合金粉末と純Al粉末を表6に示す目標組成となるようロッキングミキサーにより混合した後、330 mm×500 mm×50mmの内容積を有する肉厚2 mmの軟鉄製の缶に充填し、10⁻³ Pa以下に排気を行いながら400℃で3時間脱気を行い、封止した。温度550℃及び圧力127MPaで3時間HIPした後、機械加工により缶を除去した。次いで表4に示す温度及び圧下率で熱間圧延を行った後、機械加工を施し、550mm×690 mm×6 mmの焼結・圧延・複合相ターゲット材を得た。またAl合金粉末のみを用いた以外同じ方法で、焼結・無圧延・単相ターゲット材を得た（実施例29、30）。

【0082】各ターゲット材の合金相中に存在する金属間化合物の最大径、最大アスペクト、及び全組織（合金相+Alマトリックス相）中の欠陥数を実施例21と同じ方法で求めた。測定結果を表4に示す。Al-2原子%Ndの組成を有する実施例26のターゲット材のミクロ組織の光学顕微鏡写真（100倍）を図10に示す。

【0083】実施例26～30の各ターゲット材を用いて、DCマグネトロンスパッタリング法により、Ar圧力0.3Pa及び投入電力11kWの条件下で、370 mm×470 mm×1.1 mmのガラス基板上にスパッタリングを行った。ターゲット材1枚につき10枚の薄膜（膜厚200nm）を形成した。各Al合金薄膜の表面に認められた5 μm以上のサイズ（長径）の隆起状物をスブラッシュと見なし、基板1枚当たりの平均スブラッシュ数を算出した。結果を表4に合awせて示す。

【0084】

【表4】

例No.	粉末組成 (原子%)		HIP焼結条件		圧延条件		ターゲット			薄膜		
	合金粉末	純Al粉	温度 (℃)	時間 (h)	圧力 (MPa)	温度 (℃)	圧下率 (%)	組成 (原子%)	化合物最大径 (nm)		化合物の最大 アスペクト比	欠陥数 個/mm ²
実施例26	Al-8Nd		550	3	127	550	63	Al-2Nd	12	10	1	0
実施例27	Al-6Ni		550	3	127	550	67	Al-2Ni	14	8	1	0
実施例28	Al-7Cu-7Si		550	3	127	550	69	Al-1Cu-1Si	18	15	1	0
実施例29	Al-2Ni		550	3	127	550	67	Al-2Ni	4	3	18	0.8
実施例30	Al-1Cu-1Si		550	3	127	550	62	Al-1Cu-1Si	5	4	13	0.5

【0085】表4及び図10から明らかなように、合金相（斑模様）とAlマトリックス相（灰色）を有する実施例26～28のターゲット材のマイクロ組織では、熱間圧延してもほとんど空孔は認められなかった。また実施例26～28の焼結・圧延・複合相ターゲット材では、焼結・圧延・単相ターゲット材（実施例29、30）と比較して、スプラッシュの発生が低減していた。

【0086】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明のAl系スパッタリング用ターゲット材は急冷凝固Al合金粉末を加圧焼結することにより製造されるため、マイクロ組織中に分散している金属間化合物が微細で、熱間圧延によっても割れることがなく、もってスプラッシュの原因となる空孔がほとんど発生しない。特にヒロック防止効果の大きい3A族元素はAlと薄片状の金属間化合物を形成しやすいので、3A族元素を含有するAl合金系のターゲット材に対して、本発明は特に有効である。

【0087】本発明により、急冷凝固Al合金粉末及び純Al粉末の混合物を用いて加熱焼結することによりAl系ターゲット材を製造すると、金属間化合物が微細化されるため、熱間圧延を行なっても、金属間化合物の割れに起因する空孔の発生が少ない。

【0088】本発明のターゲット材を使用してスパッタリングを行えば、ほとんどスプラッシュなしに大型のLCD基板に均一なAl合金薄膜を形成することができる。したがって本発明のはのターゲット材は、今後さらに大型化が求められるLCD用に好適である。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の第一のターゲット材のマイクロ組織を示す概略図である。

【図2】 本発明の第一のターゲット材のマイクロ組織中の金属間化合物を示す概略図である。

【図3】 本発明の第二のターゲット材のマイクロ組織を示す概略図である。

【図4】 本発明の第二のターゲット材の合金相中の金属間化合物を示す概略図である。

【図5】 実施例10の焼結・無圧延・単相ターゲット材のマイクロ組織を示す顕微鏡写真（400倍）である。

【図6】 比較例3の casting・無圧延・単相ターゲット材のマイクロ組織を示す顕微鏡写真（400倍）である。

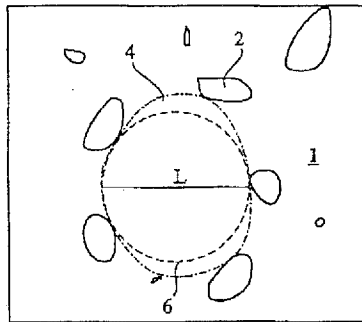
【図7】 実施例20の焼結・圧延・単相ターゲット材のマイクロ組織を示す顕微鏡写真（400倍）である。

【図8】 比較例10の casting・圧延・単相ターゲット材のマイクロ組織を示す顕微鏡写真（400倍）である。

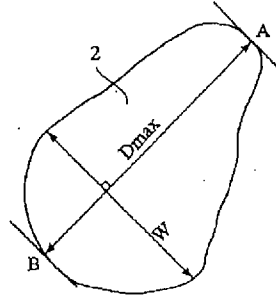
【図9】 実施例21の焼結・無圧延・複合相ターゲット材のマイクロ組織を示す顕微鏡写真（100倍）である。

【図10】 実施例26の焼結・圧延・複合相ターゲット材のマイクロ組織を示す顕微鏡写真（100倍）である

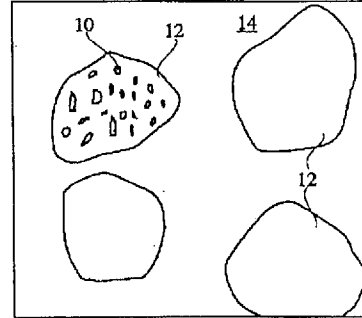
【図1】



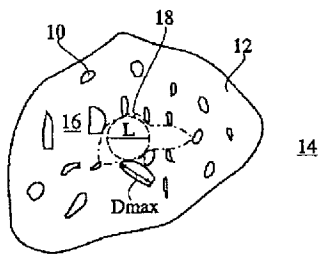
【図2】



【図3】

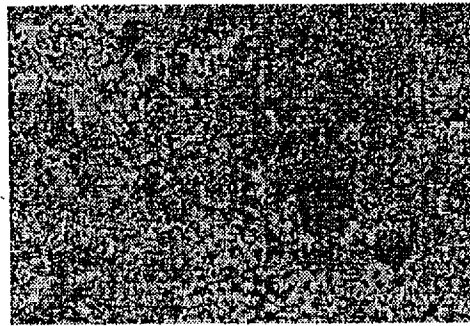


【図4】



【図5】

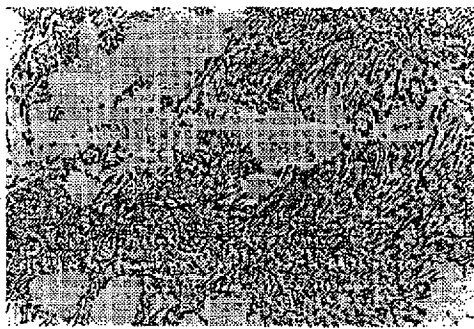
図面代用写真



— (×400)
25μm

【図6】

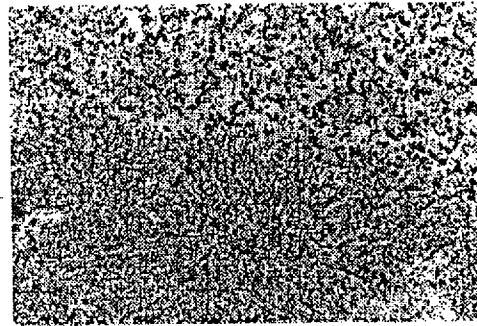
図面代用写真



— (×400)
25μm

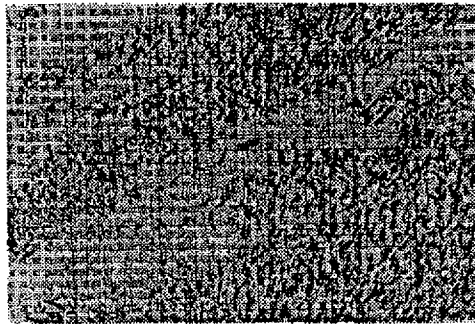
【図7】

図面代用写真

— (×400)
25μm

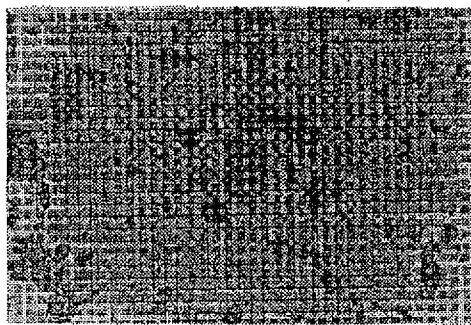
【図8】

図面代用写真

— (×400)
25μm

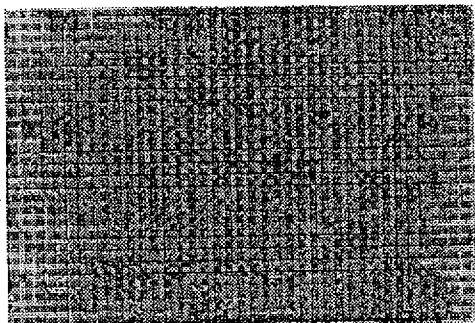
【図9】

図面代用写真

— (×100)
100μm

【図10】

図面代用写真



— (×100)
100μm

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶
H01L 21/285
// C22F 1/00

識別記号
301
628
661
683
687
694

FI
H01L 21/285
C22F 1/00
301L
628
661Z
683
687
694B